

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

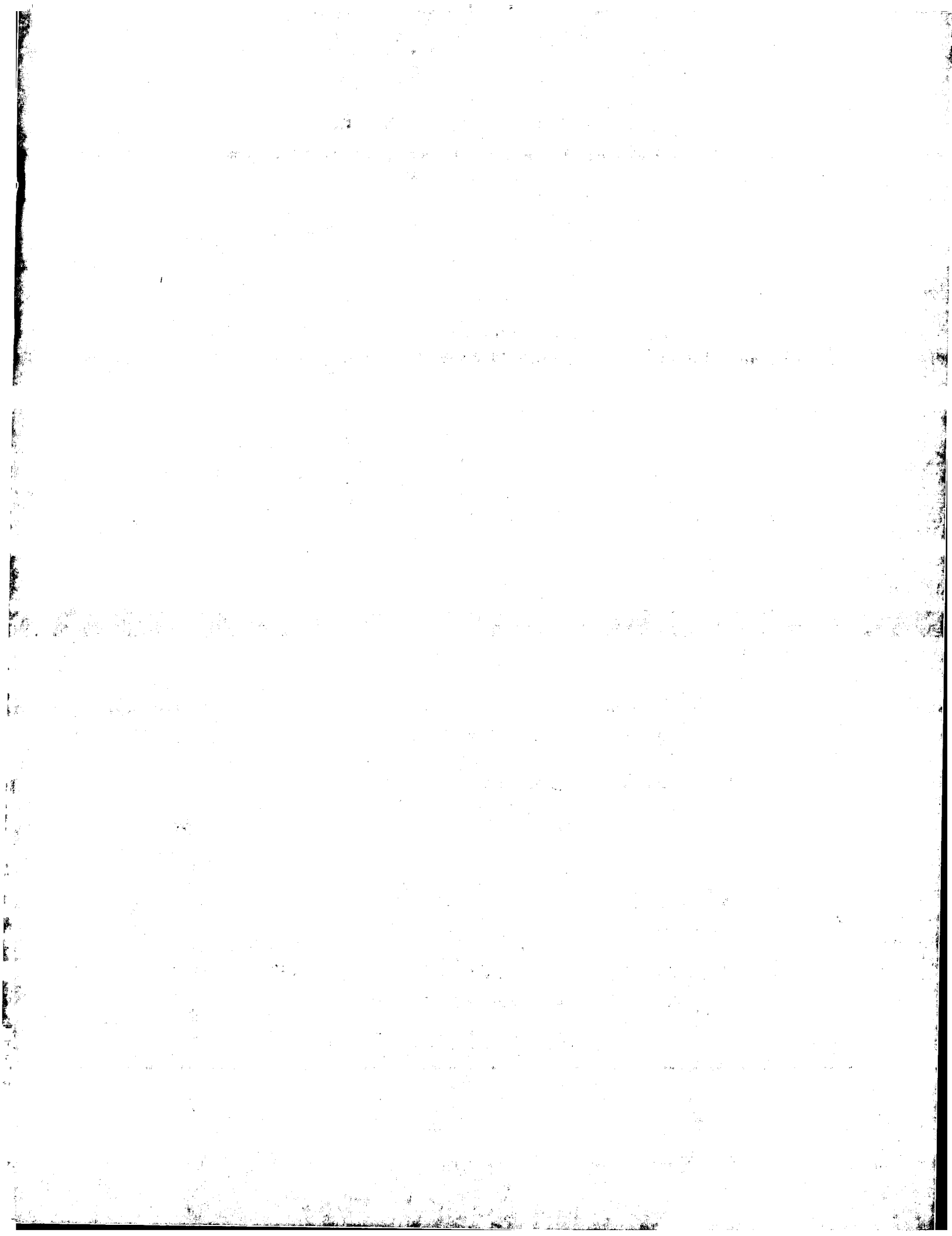
Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**



PATENT

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re application : ERIC BOUILLON, ET AL.
Application No. :
Filed : Herewith
For : A METHOD OF MAKING A MULTIPLY-PERFORATED PART OUT
OF CERAMIC MATRIX COMPOSITE MATERIAL
Attorney's Docket : BDL-450XX

TC Art Unit:

I hereby certify that this correspondence is being deposited with the United States Postal Service as first class mail in an envelope addressed to: Mail Stop Patent Application, Commissioner for Patents, P.O Box 1450, Alexandria, VA 22313-1450 on _____.

By _____

Charles L. Gagnebin III
Registration No. 25,467
Attorney for Applicant(s)

PRIORITY CLAIM UNDER RULE 55

Commissioner for Patents
P.O. Box 1450
Alexandria, VA 22313-1450

Sir:

The benefit of the filing date in France of a patent application corresponding to the above-identified application is hereby claimed under Rule 55 and 35 U.S.C. 119 in accordance with the Paris Convention for the Protection of Industrial Property. This benefit is claimed based upon a corresponding French patent application bearing serial no. 03 02613 filed March 4, 2003; a certified copy of which is attached hereto.

Respectfully submitted,

ERIC BOUILLON, ET AL.

By _____

Charles L. Gagnebin III
Registration No. 25,467
Attorney for Applicant(s)

WEINGARTEN, SCHURGIN,
GAGNEBIN & LEOVICI LLP
Ten Post Office Square
Boston, Massachusetts 02109
Telephone: (617) 542-2290
Telecopier: (617) 451-0313

Date: 2-25-4

CLG/mc/302238-1
Enclosure

Express Mail Number

EV 044750396 US

RECEIVED
JAN 10 1964
U.S. CUSTOMS
PORT OF NEW YORK

U.S. CUSTOMS
PORT OF NEW YORK



BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le 30 JAN. 2004

Pour le Directeur général de l'Institut
national de la propriété industrielle
Le Chef du Département des brevets

Martine PLANCHE

INSTITUT
NATIONAL DE
LA PROPRIÉTÉ
INDUSTRIELLE

SIÈGE
26 bis, rue de Saint Petersburg
75800 PARIS cedex 08
Téléphone : 33 (0)1 53 04 53 04
Télécopie : 33 (0)1 53 04 45 23
www.inpi.fr

THIS PAGE BLANK (USPTO)

<p>REMISE DES PIÈCES</p> <p>DATE 4 MARS 2003</p> <p>LIEU 75 INPI PARIS</p> <p>N° D'ENREGISTREMENT 0302613</p> <p>NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI</p> <p>DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE PAR L'INPI 0 4 MARS 2003</p>		<p>1 NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE</p> <p>CABINET BEAU DE LOMENIE 158, rue de l'Université 75340 PARIS CEDEX 07</p>	
<p>Vos références pour ce dossier H272700/650.JJJ (facultatif)</p>			
<p>Confirmation d'un dépôt par télécopie</p>		<p><input type="checkbox"/> N° attribué par l'INPI à la télécopie</p>	
<p>2 NATURE DE LA DEMANDE</p>		<p>Cochez l'une des 4 cases suivantes</p>	
<p>Demande de brevet <input checked="" type="checkbox"/></p>			
<p>Demande de certificat d'utilité <input type="checkbox"/></p>			
<p>Demande divisionnaire <input type="checkbox"/></p>			
<p><i>Demande de brevet initiale</i> N° _____ Date _____</p>			
<p><i>ou demande de certificat d'utilité initiale</i> N° _____ Date _____</p>			
<p>Transformation d'une demande de brevet européen <i>Demande de brevet initiale</i> <input type="checkbox"/></p>		<p>N° _____ Date _____</p>	
<p>3 TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)</p> <p>"Procédé de réalisation d'une pièce multiperforée en matériau composite à matrice céramique"</p>			
<p>4 DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE</p>		<p>Pays ou organisation _____ N° _____</p> <p>Date _____</p> <p>Pays ou organisation _____ N° _____</p> <p>Date _____</p> <p>Pays ou organisation _____ N° _____</p> <p>Date _____</p> <p><input type="checkbox"/> S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»</p>	
<p>5 DEMANDEUR (Cochez l'une des 2 cases)</p>		<p><input checked="" type="checkbox"/> Personne morale <input type="checkbox"/> Personne physique</p>	
<p>Nom ou dénomination sociale</p>		<p>SNECMA PROPULSION SOLIDE</p>	
<p>Prénoms</p>			
<p>Forme juridique</p>		<p>Société anonyme</p>	
<p>N° SIREN</p>		<p>_____</p>	
<p>Code APE-NAF</p>		<p>_____</p>	
<p>Domicile ou siège</p>	<p>Rue</p>	<p>Les Cinq Chemins</p>	
	<p>Code postal et ville</p>	<p>B 3 1 8 7 LE HAILLAN</p>	
	<p>Pays</p>	<p>FRANCE</p>	
<p>Nationalité</p>		<p>Française</p>	
<p>N° de téléphone (facultatif)</p>		<p>N° de télécopie (facultatif)</p>	
<p>Adresse électronique (facultatif)</p>		<p><input type="checkbox"/> S'il y a plus d'un demandeur, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»</p>	

BREVET D'INVENTION
CERTIFICAT D'UTILITÉREQUÊTE EN DÉLIVRANCE
page 2/2

BR2



Réservé à l'INPI

REMISE DES PIÈCES

DATE

4 MARS 2003

LIEU

75 INPI PARIS

N° D'ENREGISTREMENT

0302613

NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI

H272700/650.JJJ

DB 540W / 210502

6 MANDATAIRE (s'il y a lieu)	
Nom	
Prénom	
Cabinet ou Société	CABINET BEAU DE LOMENIE
N° de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel	
Adresse	158, rue de l'Université
Rue	
Code postal et ville	75340 PARIS CEDEX 07
Pays	FRANCE
N° de téléphone (facultatif)	01 44 18 89 00
N° de télécopie (facultatif)	01 44 18 04 23
Adresse électronique (facultatif)	
7 INVENTEUR (S)	
Les inventeurs sont nécessairement des personnes physiques	
Les demandeurs et les inventeurs sont les mêmes personnes	<input type="checkbox"/> Oui <input checked="" type="checkbox"/> Non : Dans ce cas remplir le formulaire de Désignation d'inventeur(s)
8 RAPPORT DE RECHERCHE	
Uniquement pour une demande de brevet (y compris division et transformation)	
Établissement immédiat ou établissement différé	<input checked="" type="checkbox"/> Établissement immédiat <input type="checkbox"/> Établissement différé
Paiement échelonné de la redevance (en deux versements)	Uniquement pour les personnes physiques effectuant elles-mêmes leur propre dépôt <input type="checkbox"/> Oui <input type="checkbox"/> Non
9 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES	
Uniquement pour les personnes physiques <input type="checkbox"/> Requête pour la première fois pour cette invention (joindre un avis de non-imposition) <input type="checkbox"/> Obtenue antérieurement à ce dépôt pour cette invention (joindre une copie de la décision d'admission à l'assistance gratuite ou indiquer sa référence): AG	
10 SÉQUENCES DE NUCLEOTIDES ET/OU D'ACIDES AMINÉS	
<input type="checkbox"/> Cochez la case si la description contient une liste de séquences	
Le support électronique de données est joint	<input type="checkbox"/>
La déclaration de conformité de la liste de séquences sur support papier avec le support électronique de données est jointe	<input type="checkbox"/>
Si vous avez utilisé l'imprimé «Suite», indiquez le nombre de pages jointes	
11 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire)	
Jean-Jacques JOLY CPI n° 92.1123	
VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI	

5 Arrière-plan de l'invention

L'invention concerne la réalisation d'une pièce multiperforée en matériau composite à matrice céramique. Un domaine particulier d'application de l'invention est la réalisation de parois de chambres de combustion de turbines à gaz, notamment de réacteurs d'avions, parois
10 munies d'une pluralité de perforations permettant le refroidissement par le passage d'air.

Les matériaux composites à matrice céramique, ou CMC, sont des matériaux thermostrostructuraux, c'est-à-dire des matériaux ayant de
15 bonnes propriétés mécaniques et la capacité de les conserver à température élevée. Ils comportent un renfort fibreux formé de fibres réfractaires (carbone ou céramique généralement) et densifié par une matrice céramique ou une matrice mixte carbone/céramique. Une couche d'interphase, par exemple en carbone pyrolytique (PyC) ou nitrure de bore (BN) peut être interposée entre fibres du renfort et matrice céramique
20 pour améliorer le comportement mécanique du matériau.

La réalisation d'une pièce en CMC comprend normalement l'élaboration d'une préforme fibreuse destinée à constituer le renfort du matériau composite, et la densification de la préforme par une matrice céramique, éventuellement après formation d'une couche d'interphase sur
25 les fibres de la préforme.

La préforme est réalisée à partir de textures fibreuses mono- ou bidirectionnelles telles que fils, câbles, rubans, tissus, nappes unidirectionnelles, couches de feutre,... La mise en forme de la préforme comprend par exemple des étapes de bobinage, tissage, tressage,
30 tricotage, drapage de strates.

La densification peut être réalisée par voie liquide, c'est-à-dire par imprégnation de la préforme par une composition liquide contenant un précurseur du matériau céramique de la matrice. Le précurseur est typiquement une résine qui, après réticulation, est soumise à un
35 traitement thermique de céramisation.

La densification peut aussi être réalisée par voie gazeuse, c'est-à-dire par infiltration chimique en phase vapeur en utilisant une phase gazeuse réactionnelle contenant un ou plusieurs précurseurs de la matrice
5 fibreuse pour former, dans des conditions particulières de température et de pression, un dépôt de céramique sur les fibres par décomposition d'un constituant de la phase gazeuse ou par réaction entre plusieurs constituants.

Les processus ci-dessus d'élaboration de pièces en CMC sont
10 bien connus en eux-mêmes.

L'utilisation des CMC a été envisagée pour réaliser des parois de chambres de combustion de turbines à gaz. La recherche de rendements
améliorés et la réduction des émissions polluantes imposent des niveaux de température toujours plus élevés dans ces chambres de combustion.
15 C'est pourquoi il a été proposé de remplacer les alliages métalliques réfractaires formant traditionnellement les parois de chambres de combustion par des CMC. L'injection d'air à travers les parois reste toujours nécessaire, notamment pour former un film de refroidissement sur celles-ci. Cette injection est réalisée à travers un grand nombre de
20 perforations de petit diamètre, typiquement de 0,2 mm à 0,8 mm.

Le perçage laser est un procédé couramment utilisé pour réaliser des perforations dans des parois de chambre en alliage métallique. Appliqué aux parois en CMC, ce mode d'usinage présente l'inconvénient d'être destructeur vis-à-vis des fibres du renfort et de mettre à nu des
25 fractions de surface des fibres ou d'une interphase fibres-matrice par élimination locale de la matrice céramique. La destruction de fibres affaiblit la tenue mécanique du matériau. Par ailleurs, les fractions de surface de fibres et d'interphase mises à nu sont exposées directement au milieu ambiant oxydant, ce qui rend le matériau sensible à l'érosion par
30 oxydation, lorsque les fibres sont en carbone et/ou sont munies d'une interphase PyC ou BN.

On pourrait alors envisager de réaliser un dépôt de céramique sur les parois des perforations, par exemple par une étape finale d'infiltration chimique en phase vapeur, après usinage. Toutefois, le
35 calibrage des perforations s'en trouve affecté de façon plus ou moins régulière, avec même un risque d'obturation, ce qui nuit à l'efficacité

d'injection d'air à travers les perforations. En outre, une étape supplémentaire d'infiltration chimique en phase vapeur, qui est un processus long et coûteux, est alors nécessaire.

5 Objet et résumé de l'invention

L'invention a pour but de proposer un procédé ne présentant pas les inconvénients précités, c'est-à-dire un procédé permettant de réaliser une pièce multiperforée en CMC protégée contre l'oxydation même au niveau des parois des perforations, sans nécessiter de dépôt de protection sur ces parois après réalisation des perforations.

Ce but est atteint grâce à un procédé comportant les étapes qui consistent à :

- élaborer une préforme fibreuse destinée à constituer le renfort fibreux du matériau composite,
- 15 - consolider la préforme par dépôt au sein de celle-ci d'une phase de matrice suffisante pour lier les fibres entre elles, sans densifier complètement la préforme,
- planter une pluralité d'épingles en matériau rigide au travers de la préforme consolidée,
- 20 - poursuivre la densification de la préforme consolidée munie des épingles par dépôt d'au moins une phase de matrice céramique, et
- éliminer au moins en partie chaque épingle de manière à laisser une perforation calibrée traversant la pièce, les épingles étant au moins en partie en un matériau éliminable par réalisation d'un traitement n'affectant pas le matériau céramique de la matrice.

Ainsi, l'invention est remarquable en ce que les perforations sont obtenues, après densification de la préforme consolidée, par élimination de matériau constitutif d'épingles préalablement introduites dans la préforme consolidée. Les épingles peuvent être réalisées entièrement en matériau éliminable. Lors de la densification de la préforme consolidée, les épingles sont gainées par le matériau céramique de la matrice de sorte qu'après élimination des épingles, les gaines de matériau céramique forment les parois des perforations.

En variante, les épingles peuvent être réalisées partiellement en matériau éliminable, celui-ci constituant une partie d'âme entourée par une partie périphérique ou gaine en céramique qui n'est pas éliminée lors

de l'élimination de la partie d'âme. La gaine céramique des épingles constitue alors la paroi des perforations, après élimination de la partie d'âme.

Le matériau éliminable des épingles peut être un matériau
5 éliminable par oxydation, par exemple du carbone ou un matériau composite carboné. On pourra par exemple utiliser des épingles constituées par un fil ou câble formé de fibres de carbone et rigidifié par densification par une matrice organique ou carbone. La matrice organique est en un matériau laissant un résidu de carbone par traitement
10 thermique, la transformation de la matrice organique en carbone pouvant avoir lieu après l'implantation des épingles, lors de la montée en température nécessaire pour réaliser la densification de la préforme consolidée.

D'autres matériaux peuvent être utilisés pour réaliser les
15 épingles ou au moins une partie d'âme de celles-ci, dès lors qu'ils sont éliminables sans affecter la céramique de la matrice du CMC.

L'implantation des épingles est avantageusement réalisée par un processus comprenant l'insertion préalable des épingles dans un bloc de matériau compressible, l'amenée du bloc de matériau compressible au
20 contact de la préforme consolidée, et l'application d'une énergie ultrasonore aux épingles tout en comprimant le bloc de matériau compressible pour faire pénétrer les épingles dans la préforme consolidée. Un tel processus d'insertion d'épingles de renfort est connu en soi. On pourra se référer notamment au document WO 97/06948.

25 L'implantation des épingles peut être réalisée dans toute direction voulue par rapport à une surface de la préforme fibreuse consolidée, notamment dans une direction formant un angle non nul par rapport à la normale à cette surface.

L'étape de consolidation de la préforme consiste à déposer au
30 sein de celle-ci un matériau réalisant une densification partielle de la préforme par une phase de matrice de manière à lier les fibres de la préforme entre elles pour permettre la manipulation de la préforme et l'implantation des épingles sans que la préforme soit déformée, la densification de la préforme consolidée pouvant alors être réalisée sans
35 nécessiter d'outillages de maintien en forme de la préforme.

La consolidation est de préférence réalisée de manière à laisser libre la plus grande partie de la porosité initiale de la préforme, le taux volumique de porosité étant réduit au plus de 40 %, par exemple réduit d'une quantité comprise entre 8 % et 40 %. Typiquement, dans le cas
5 d'une préforme fibreuse ayant initialement un taux volumique de porosité compris entre 50 % et 70 %, la consolidation est réalisée pour réduire le taux volumique de porosité à une valeur comprise entre 40 % et 60 %.

La consolidation est avantageusement réalisée en déposant sur les fibres de la préforme une phase de matrice carbone ou céramique
10 d'épaisseur réduite. Le dépôt de cette phase de matrice peut être réalisé par voie liquide, c'est-à-dire par imprégnation de la préforme par une composition liquide contenant un précurseur de carbone ou de céramique et en transformant le précurseur, généralement par traitement thermique. Le précurseur est typiquement une résine.

15 De préférence, la consolidation est réalisée par infiltration chimique en phase vapeur. Dans ce cas, le dépôt d'une phase de matrice céramique peut éventuellement être réalisé après formation d'une couche d'interphase PyC ou BN sur les fibres.

L'étape de poursuite de densification de la préforme consolidée
20 peut être réalisée par voie liquide ou par infiltration chimique en phase vapeur.

Le procédé selon l'invention convient notamment pour la réalisation de paroi multiperforée de chambre de combustion de turbine à gaz. La préforme fibreuse peut être formée par une texture multicouches
25 obtenue par tissage, tricotage ou tressage tridimensionnel. Elle peut aussi être formée par drapage, c'est-à-dire superposition de strates d'une texture fibreuse bidimensionnelle. Le drapage est effectué sur un support ayant une forme correspondant à la forme de la paroi à réaliser. Les strates drapées, par exemple en tissu ou nappes de fils, peuvent être liées
30 les unes aux autres par exemple par aiguilletage ou par des fils de liage. La consolidation est réalisée en maintenant la préforme dans un outillage de forme voulue. Les épingles sont implantées dans la préforme consolidée avec une orientation, par rapport à une surface de celle-ci, correspondant à celle des perforations à obtenir.

Brève description des dessins

L'invention sera mieux comprise à la lecture de la description faite ci-après, à titre indicatif mais non limitatif, en référence aux dessins annexés, sur lesquels :

- 5 - la figure 1 est un ordinogramme montrant des étapes successives d'un procédé selon un mode particulier de mise en œuvre de l'invention ;
- la figure 2 est une vue très schématique montrant le processus d'implantation d'épingles dans une préforme fibreuse consolidée ;
- 10 - la figure 3 est une vue très schématique en coupe montrant des perforations obtenues après élimination d'épingles telles que celles utilisées dans le mode de réalisation de la figure 1 ;
- la figure 4 est une vue très schématique en coupe montrant des perforations obtenues après élimination d'une partie d'âme d'épingles
- 15 selon un autre mode de réalisation de l'invention ;
- les figures 5 et 7 sont des photographies montrant des exemples de perforations réalisées conformément à l'invention dans des pièces en matériau composite thermostuctural ; et
- les figures 6 et 8 sont des photographies montrant, de façon
- 20 agrandie, des perforations des pièces des figures 5 et 7.

Description détaillée de modes de réalisation

Un mode particulier de mise en œuvre de l'invention sera décrit dans le cadre de l'application à la réalisation de paroi multiperforée de

25 chambre de combustion en CMC de turbine à gaz pour réacteur d'avion.

Une première étape 10 (figure 1) consiste à réaliser une préforme fibreuse ayant une forme voisine de celle de la paroi de chambre à réaliser. Différents procédés connus peuvent être utilisés à cet effet.

On peut ainsi réaliser une préforme sous forme d'une texture

30 multicouches obtenue par tissage, tricotage ou tressage tridimensionnel de filaments, fils ou câbles, la liaison entre couches étant apportée par le passage de filaments, fils ou câbles d'une couche à l'autre lors de la réalisation de la préforme.

La préforme peut aussi être réalisée par drapage, c'est-à-dire

35 superposition et mise en forme de strates de texture fibreuse bidimensionnelle sur une forme ou gabarit, jusqu'à obtenir l'épaisseur

voulue. La texture fibreuse est par exemple un tissu, une nappe de fils unidirectionnelle, ou un complexe formé de plusieurs nappes de fils unidirectionnelles superposées dans des directions différentes et liées entre elles par exemple par aiguilletage léger. Les strates superposées peuvent être liées entre elles, par exemple par aiguilletage. Un dispositif d'aiguilletage convenant à cet effet est décrit dans le document US 5 226 217. En variante, les strates superposées peuvent être liées entre elles par couture ou implantation de fils.

La préforme peut être en fibres de carbone ou en fibres céramique, par exemple en fibres de carbure de silicium. Les opérations nécessaires à la réalisation de la préforme sont réalisées sur des fibres de carbone ou céramique. On pourrait aussi les réaliser sur des fibres de précurseur de carbone ou céramique, la transformation du précurseur en carbone ou céramique étant effectuée par traitement thermique après réalisation de la préforme.

La préforme fibreuse obtenue est consolidée (étape 20) en étant maintenue en forme dans un outillage. La consolidation est réalisée par formation d'un dépôt de matrice d'épaisseur limitée mais suffisante pour lier les fibres de la préforme entre elles. La consolidation ne réalise donc qu'une densification partielle de la préforme fibreuse en laissant libre la majeure partie de la porosité initiale de la préforme. Le taux volumique de porosité est réduit d'une valeur au plus égale à 40 %, par exemple comprise entre environ 8 % et 40 %, en passant par exemple d'une valeur comprise entre 50 % et 70 % à une valeur comprise entre 40 % et 60 %.

Le matériau déposé pour consolidation est du carbone ou une céramique, par exemple du carbure de silicium (SiC). Ce dernier peut être obtenu par infiltration chimique en phase vapeur réalisée dans une enceinte à une température d'environ 900°C à 1050°C et sous une pression inférieure à 25 kPa en utilisant une phase gazeuse réactionnelle contenant du méthyltrichlorosilane (MTS) précurseur de SiC et du gaz hydrogène (H₂). Ce dernier fait fonction de gaz vecteur pour favoriser la diffusion de la phase gazeuse réactionnelle au sein de la préforme fibreuse et y former un dépôt SiC par décomposition du MTS. Un procédé de formation de matrice SiC par infiltration chimique en phase vapeur est décrit dans le document US 5 738 908.

Une interphase PyC ou BN peut être formée sur les fibres de la préforme avant dépôt de la phase de matrice SiC de consolidation. Cette interphase peut être formée par infiltration chimique en phase vapeur comme décrit dans le document US 4 752 503.

5 Dans le cas d'une consolidation par une phase de matrice carbone obtenue par infiltration chimique en phase vapeur, on peut utiliser, également comme connu en soi, une phase gazeuse réactionnelle contenant un mélange de méthane et de propane, et en procédant à une température d'environ 950°C à 1100°C sous une pression inférieure à
10 25 kPa.

En variante, la consolidation peut être réalisée par voie liquide. La préforme, maintenue dans un outillage, est imprégnée par une composition liquide contenant un précurseur du matériau à former. Le précurseur est typiquement une résine. On peut utiliser par exemple une
15 résine phénolique précurseur de carbone, ou une résine de type polycarbosilane ou polytitanocarbosilane, précurseur de SiC. Après imprégnation, on procède à la réticulation de la résine, après séchage éventuel pour élimination d'un solvant, et à la transformation de la résine en carbone ou céramique par traitement thermique (carbonisation ou
20 céramisation).

Afin de limiter la quantité de matériau déposé pour consolidation, l'imprégnation est réalisée avec une résine ayant un taux de résidu solide pas trop élevé après traitement thermique et/ou avec une résine suffisamment diluée dans un solvant. La plus grande partie de la
25 porosité initiale de la structure fibreuse est restituée, pour une fraction, après séchage et réticulation de la résine, puis, pour le reste, après carbonisation ou céramisation.

Après consolidation, la préforme consolidée est retirée de son outillage de maintien en vue de l'étape 30 d'implantation d'épingles.

30 L'implantation est avantageusement réalisée par un processus du type de celui décrit dans le document WO 97/06948. Comme montré par la figure 2, les épingles 10 à implanter sont préalablement insérées dans un bloc 12 de matériau compressible, par exemple une mousse ou un élastomère. Les aiguilles s'étendent entre deux faces opposées 12a,
35 12b du bloc 12. Le bloc est amené par l'une 12a de ces faces au contact d'une zone de surface 20a de la préforme consolidée 20, à un

emplacement correspondant à celui de la paroi en CMC à réaliser où doivent être formées des perforations. Un transducteur 14 relié à un générateur d'ultrasons (non représenté) est appliqué avec pression sur l'autre face 12b du bloc 12 de manière à transférer les épingles à travers la préforme consolidée par application d'énergie ultrasonore et compression du bloc 12. Le processus est répété si nécessaire pour implanter des épingles dans toutes les zones de la préforme correspondant aux emplacements où des perforations doivent être formées.

10 Les diamètres des épingles sont choisis égaux ou non en fonction des diamètres désirés pour les perforations à obtenir en final. La densité d'implantation est choisie constante ou non selon la répartition souhaitée des perforations dans la pièce à réaliser.

15 Dans l'exemple illustré, les épingles 10 sont implantées dans une direction inclinée d'un angle α non nul par rapport à la normale à la surface 20a de la préforme 20. L'angle d'inclinaison correspond à celui désiré pour les perforations à former dans la paroi de chambre en CMC. Cet angle pourra être différent en différentes zones de surface de la préforme 20. Il est habituellement compris entre 30° et 60°. La longueur des épingles 10 est telle qu'elles traversent complètement l'épaisseur de la préforme consolidée, en faisant de préférence saillie des deux côtés 20a et 20b de la préforme.

Les épingles 10 sont par exemple réalisées en un matériau rigide éliminable par oxydation.

25 On peut notamment utiliser des épingles en un matériau composite obtenu par densification d'un fil ou câble formé de fibres de carbone par une matrice carbone ou une matrice organique, cette dernière étant carbonisée lors de l'élévation en température nécessaire pour achever la densification de la préforme consolidée. La matrice organique est par exemple formée par une résine de type bismaléimide (BMI).

30 Après implantation des épingles, la densification de la préforme consolidée est poursuivie (étape 40) jusqu'à obtenir le degré de densité désiré. On réalise la densification par une matrice céramique, par exemple SiC. On utilise à cet effet un processus de densification par infiltration



chimique en phase vapeur ou par voie liquide comme décrit dans l'étape de consolidation dans le cas d'une consolidation par phase de matrice SiC.

5 Lorsque la densification est terminée, on procède à l'élimination des épingles (étape 50) par oxydation à température élevée par exemple environ 600°C à 1 000°C. A cet effet, on met le carbone des épingles à nu en cassant les extrémités des épingles qui font avantageusement saillie des deux côtés de la préforme et qui ont été recouvertes d'un dépôt
10 céramique. Après élimination des épingles, on obtient la paroi 22 de chambre en CMC désirée (figure 3) avec des perforations 24 traversant la paroi.

Les perforations 24 sont délimitées par le matériau constitutif de la matrice et sont calibrées par le diamètre des épingles.

15 Ainsi, les fibres de renfort en carbone, de même que l'interphase éventuelle, restent recouvertes intégralement de matrice céramique, même au niveau des perforations. En outre, l'implantation des épingles dans la préforme consolidée n'a qu'un effet destructeur très limité sur les fibres, celles-ci étant en fait pour la plupart écartées et non rompues lors du passage des épingles.

20 Des phases de matrice en matériau réfractaire autre que carbone ou SiC peuvent être réalisées au stade de la consolidation, et des matrices en céramique autre que SiC peuvent être réalisées au stade de la densification de la préforme consolidée.

25 Ainsi, au moins au stade de densification de la préforme consolidée, on pourra avantageusement mettre en place une matrice autocicatrisante, c'est-à-dire une matrice réalisée en un matériau capable, à la température d'utilisation du CMC, de former une phase vitreuse, qui par passage à l'état visqueux, réalise une cicatrisation de fissures susceptibles d'apparaître dans la matrice et de ménager un accès pour le milieu ambiant vers les fibres ou la couche d'interphase éventuelle. La
30 réalisation de matrices en céramique autocicatrisantes comprenant au moins une phase de matrice formée par un système ternaire Si-B-C est décrite dans le document US 5 246 736.

35 D'autres matériaux pour des matrices ou phases de matrice en céramique peuvent encore être utilisés, par exemple des nitrures, des carbures autres que SiC, ou des céramiques de type oxydes. La formation

de matrices en céramique de type oxyde est décrite dans le document US 4 576 836.

Les épingles peuvent être en un matériau éliminable par oxydation autre que des fibres en carbone densifiées par une matrice carbone ou organique. Par exemple, on pourra utiliser des épingles formées de fibres en céramiques densifiées par une matrice carbone ou organique, la seule oxydation de la matrice étant suffisante pour éliminer les épingles.

Il n'est pas nécessaire que les épingles soient complètement éliminées. Ainsi, on peut utiliser des épingles ayant une partie d'âme en matériau éliminable par oxydation ou autre processus et une gaine en matériau céramique. Ce dernier est avantageusement du même type que le matériau céramique de la phase céramique du CMC. Il peut être formé sur la partie d'âme par dépôt chimique en phase vapeur. On pourra ainsi réaliser des épingles en matériau carboné revêtues d'une gaine en SiC. Comme le montre la figure 4, après élimination de la partie d'âme, la gaine 11 en SiC subsiste et délimite la perforation 24' traversant la paroi 22 en CMC, la perforation 24' étant calibrée par le diamètre de la partie d'âme des épingles.

Les exemples ci-après se rapportent à des essais de réalisation de pièces multiperforées conformément à l'invention.

Exemple 1

Une préforme fibreuse est réalisée par tissage multicouches de fils en fibres SiC fournis sous la référence "Hi-Nicalon" par la société japonaise Nippon Carbon, la préforme comprenant 10 couches. Le taux volumique de porosité de la préforme est environ égal à 65 %.

La préforme est consolidée par formation d'une interphase PyC et dépôt SiC obtenu par infiltration chimique en phase vapeur, le taux volumique de porosité étant ramené à une valeur d'environ 55 %.

Après consolidation, on implante dans la préforme des épingles de 0,3 mm de diamètre formées par des fils de carbone rigidifiés par imprégnation par une résine BMI. Les épingles sont implantées normalement à la texture fibreuse multicouches, leur longueur étant telle qu'elles dépassent de chaque côté de la préforme.

La préforme est ensuite densifiée par une matrice en céramique autocicatrisante de type Si-B-C, comme décrit dans le document US 5 246 736.

5 Après densification, les extrémités des épingles faisant saillie sont érodées, mettant leur carbone à nu. Les épingles sont alors éliminées par oxydation du carbone sous air à environ 800°C.

Les photographies des figures 5 et 6 montrent les perforations obtenues. On peut constater la netteté des formes des perforations.

10 Exemple 2

Une préforme fibreuse est réalisée par tissage multicouches de fils en fibres de carbone, la préforme comprenant 5 couches. Le taux volumique de porosité de la préforme est environ égal à 60 %.

15 La préforme est consolidée par dépôt SiC par infiltration chimique en phase vapeur, le taux volumique de porosité étant ramené à une valeur d'environ 50%.

20 Après consolidation, on implante dans la préforme des épingles de 0,3 mm de diamètre formées par des fils de carbone rigidifiés par imprégnation par une résine BMI. Les épingles sont implantées suivant un angle de 45° par rapport à la normale à la surface de la préforme. Les épingles ont une longueur suffisante pour dépasser de chaque côté de la préforme.

25 La densification de la préforme, puis l'élimination des épingles sont ensuite réalisées comme dans l'exemple 1. Les photographies des figures 7 et 8 montrent les perforations obtenues.

REVENDECATIONS

1. Procédé de réalisation d'une pièce multiperforée en matériau composite à matrice céramique, caractérisé en ce qu'il comporte les
5 étapes qui consistent à :

- élaborer une préforme fibreuse destinée à constituer le renfort fibreux du matériau composite,
- consolider la préforme par dépôt au sein de celle-ci d'une phase de matrice suffisante pour lier les fibres entre elles, sans densifier
10 complètement la préforme,
- planter une pluralité d'épingles en matériau rigide au travers de la préforme consolidée,
- poursuivre la densification de la préforme consolidée munie des épingles par dépôt d'au moins une phase de matrice céramique, et
- 15 - éliminer au moins en partie chaque épingle de manière à laisser une perforation calibrée traversant la pièce, les épingles étant au moins en partie en un matériau éliminable par réalisation d'un traitement n'affectant pas le matériau céramique de la matrice.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'on
20 plante des épingles réalisées entièrement en un matériau éliminable.

3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'on utilise des épingles réalisées avec une partie d'âme en matériau éliminable et une partie périphérique ou gaine en céramique non éliminée lors de l'élimination de la partie d'âme.

25 4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que le matériau éliminable des épingles est éliminable par oxydation.

5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que l'on utilise des épingles réalisées par densification et
30 rigidification d'un fil ou câble en carbone par une matrice.

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que l'implantation des épingles est réalisée par un processus comprenant l'insertion préalable des épingles dans un bloc de matériau compressible, l'amenée du bloc de matériau compressible au
35 contact de la préforme consolidée, et l'application d'une énergie

ultrasonore aux épingles tout en comprimant le bloc de matériau compressible pour faire pénétrer les épingles dans la préforme consolidée.

5 7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que l'implantation des épingles est réalisée dans une direction faisant un angle non nul par rapport à la normale à une surface de la préforme consolidée.

8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que la consolidation de la préforme comprend la formation d'une phase de matrice céramique d'épaisseur réduite.

10 9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que la consolidation de la préforme comprend la formation d'une phase de matrice carbone d'épaisseur réduite.

15 10. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, caractérisé en ce que lors de la consolidation de la préforme, on réduit le taux volumique de porosité de celle-ci d'une valeur au plus égale à 40 %.

20 11. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, caractérisé en ce qu'on utilise une préforme dont le taux volumique de porosité a une valeur comprise entre 50 % et 70 % et on réalise la consolidation jusqu'à réduire le taux volumique de porosité à une valeur comprise entre 40 % et 60 %.

12. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 11, caractérisé en ce que l'on densifie la préforme par une matrice céramique comprenant au moins une phase autocicatrisante.

25 13. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 12, pour la réalisation d'une paroi multiperforée en matériau composite à matrice céramique pour chambre de combustion de turbine à gaz.

14. Procédé selon la revendication 13, caractérisé en ce que la préforme fibreuse est formée par drapage de strates fibreuses bidimensionnelles.

30 15. Procédé selon la revendication 14, caractérisé en ce que les strates sont liées entre elles.

16. Procédé selon la revendication 15, caractérisé en ce que la préforme fibreuse est formée par une texture multicouches.

1/2

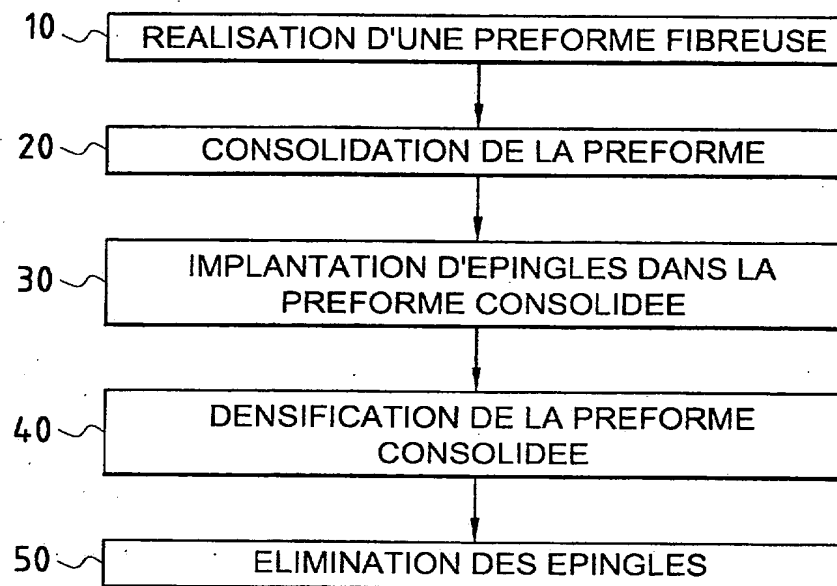


FIG.1

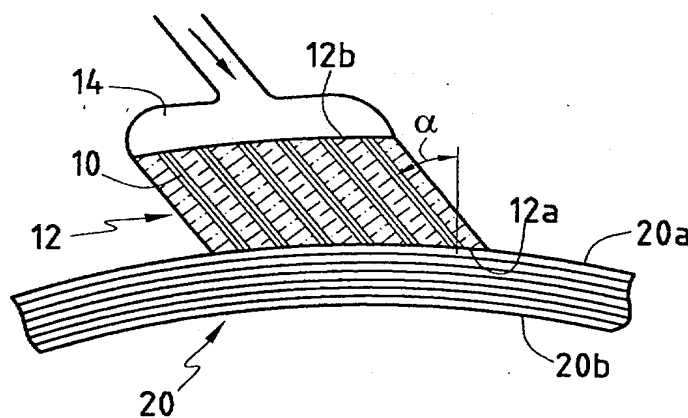


FIG.2

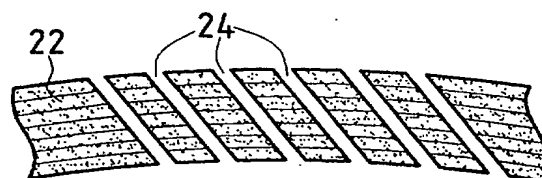


FIG.3

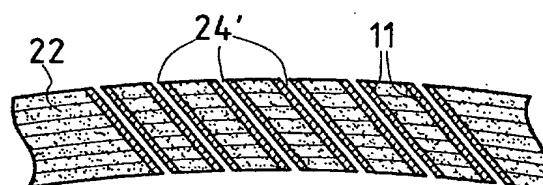


FIG.4

2/2



FIG. 5



FIG. 6



FIG. 7



FIG. 8

**BREVET D'INVENTION****CERTIFICAT D'UTILITÉ**

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis, rue de Saint Pétersbourg
75800 Paris Cedex 08

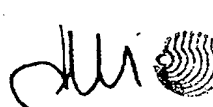
Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 93 59 30

DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° 1.. / 1..

(Si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 113 W / 260899

Vos références pour ce dossier (facultatif)		1H272700/650FR/JJJ/AL	
N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL		03 02613	
TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum) Procédé de réalisation d'une pièce multiperforée en matériau composite à matrice céramique			
LE(S) DEMANDEUR(S) : SNECMA PROPULSION SOLIDE			
DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) : (Indiquez en haut à droite «Page N° 1/1» S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez un formulaire identique et numérotez chaque page en indiquant le nombre total de pages).			
Nom		BOUILLON	
Prénoms		Eric	
Adresse	Rue	63, rue Bourbaki	
	Code postal et ville	33400	TALENCE FRANCE
Société d'appartenance (facultatif)			
Nom		COUPE	
Prénoms		Dominique	
Adresse	Rue	70 avenue de Paris - Parc Ste Christine	
	Code postal et ville	33185	LE HAILLAN FRANCE
Société d'appartenance (facultatif)			
Nom		BOUVIER	
Prénoms		Rémi, Pierre, Robert	
Adresse	Rue	Résidence la Jardinelles - Appt 42, 2C rue des Violettes	
	Code postal et ville	33700	MERIGNAC FRANCE
Société d'appartenance (facultatif)			
DATE ET SIGNATURE(S) DU (DES) DEMANDEUR(S) OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire) Paris, le 02 mai 2003 CABINET BEAU DE LOMENIE Jean-Jacques JOLY CPI N° 92-1123		 cabinet beau de lomenie 158, rue de l'Université 75340 PARIS ÉDEX 07	

THIS PAGE BLANK (USPTO)